

## 繊維強化プラスチックの破壊特性評価に関する研究

著者	中島 美樹子
号	1693
発行年	1996
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/10500">http://hdl.handle.net/10097/10500</a>

氏 名 <sup>なか</sup>中 <sup>じま</sup>島 <sup>みき</sup>美 <sup>こ</sup>樹 子

授 与 学 位 博 士 （ 工 学 ）

学 位 授 与 年 月 日 平 成 8 年 4 月 10 日

学位授与の根拠法規 学位規則第4条第2項

最 終 学 歴 昭 和 46 年 3 月

宮城教育大学教育学部（特別教科（理科）教員養成課程）卒業

学 位 論 文 題 目 繊維強化プラスチックの破壊特性評価に関する研究

論 文 審 査 委 員 東北大学教授 庄子 哲雄 東北大学教授 林 一夫

東北大学教授 進藤 裕英

## 論 文 内 容 要 旨

### 1. 本論文の背景

時代の要請により、現代の機械・構造物は驚くほど多種多様なものになってきている。従来これらの材料としては、圧倒的な需要割合を示す鉄鋼をはじめとする各種の金属・合金、軽量性・成形性に優れた高分子などの有機材料および耐熱性に優れた酸化物・窒化物などのセラミックスが用いられてきた。しかし、科学技術の発展とともに、これまでにない過酷な環境下での使用、軽薄短小など多種多様な複雑な特性が材料に要求されてきている。これらの要求に答えるために、前述の材料単体では実現不可能なことから2種類以上の材料の組み合わせよりなる複合材料が出現するにいたった。高分子材料の軽量性を生かしながら機械的強度の増大を目的としてガラス繊維を添加したいわゆるガラス繊維強化プラスチック（GFRP）が開発され、複合材料が急速に注目を浴びるようになってきた。その後耐熱性に優れた金属基複合材料、経済性と強度の折衷案から生まれたハイブリッド複合材料、高性能強化繊維を用いた先端複合材料などが開発され、また過酷な環境下への複合材料の適用も実現化されている。

複合材料はテイラード・マテリアル（Tailored Material）、すなわち種々の使用目的に合わせて最適の特性を有する材料に設計することができ、これが複合材料が持つ大きな利点の一つである。これまで複合材料設計に関する研究が多々実施されてきたにも拘らず、材料設計の方法論と最適化の方法論を発展させる研究はまだ十分とは言えない。その困難さは、強化形態の種類、構成素材（強化材、母相）の種類、強化材と母相の組み合わせ等、材料特性を設計する上で数多くのパラメータが存在しそれらが複雑に関係する、各複合材料に固有の問題が存在することに起因する。

複合材料設計のための方法論確立のためには、各複合材料についてその強度に影響をおよぼす各種パラメータを変えて、十分な実験・理論研究を推し進めてデータベースとして蓄積していき、それらを系統的に発展させていくという作業が必要と考えられるが、その際厳密に複合材料の種類、パラメータ、負荷形態・負荷条件、環境条件などによってはっきりと分類し体系化していく必要がある。

すぐれた機能を有する多くの複合材料が開発され、船舶、スポーツ用品、自動車車体など多方面に活用されているが、複合材料の持つ大きな特質の比強度・比剛性が最も有効に生かされる宇宙機器・飛行機機体などへの応用に関しては、高度の安全性が要求される部分への適用にはかなりの制限があるのが現状である。複合材料が工業材料として逡巡なく利用されるために解決しなければならない問題がいくつか残っているが、その一つに信頼性の問題がある。信頼性の問題は他の材料でも考慮すべき重要な点であるが、複合材料では特に留意すべき問題である。この理由としていくつか挙げられるが、その一つに複合材料は単一材と比べて各構成素材に存在する欠陥に加えて、成形過程で欠陥が生じる可能

性が大きく欠陥の存在する確率が格段に高くなる。この信頼性の向上のためには、いうまでもなく構成素材の品質管理と成形過程の厳密な管理が重要であるが、非破壊的に複合材料の強度・欠陥評価が可能であれば非常に有効であると考えられる。

## 2. 本研究の目的とその構成

本研究は上述してきた複合材料の現状を踏まえて繊維強化プラスチック強度評価の新しい実験的手法2種類を提示し、目的に応じた複合材料設計の試みとして耐熱性・靱性向上を目的として複合材料を作製して破壊特性評価を行った。また複合材料の強度に影響をおよぼす重要なパラメータであるマトリックス、界面状態に着目して破壊特性評価を行った。さらに繊維強化プラスチックの非破壊評価法としてインピーダンス・スペクトロスコピー法の適用を試み、複合材料の信頼性向上への寄与の可能性を探った。本研究で用いた繊維強化プラスチックは1) 強化形態として一方向およびランダム方向の短繊維強化、そして一方向連続繊維強化、2) 構成素材としては強化材として金属繊維、ガラス繊維、鈳物繊維、母相として熱硬化性プラスチック（エポキシ）と熱可塑性プラスチック（ポリカーボネート）、そして3) 幾種類かの繊維／母相界面状態の異なるものを用いて、その疲労強度、動的・静的破壊靱性、き裂進展抵抗などの破壊特性に関して評価を行った。

本論文の構成を図1に示す。本論文は9章からなる。第1章は序論であり、複合材料の現状と問題点を明らかにし、

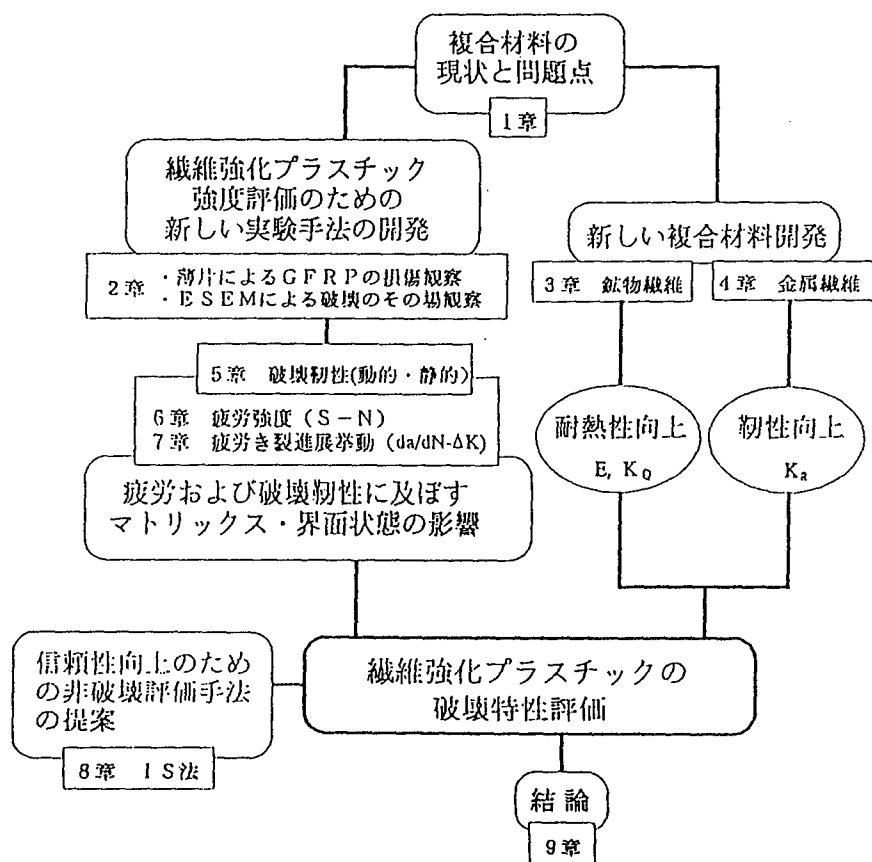


図1 本論文の構成

本研究の背景と目的を示した。第2章では繊維強化プラスチック強度評価のための二つの新しい実験手法を紹介した。一つは薄片の偏光顕微鏡観察で、プラスチックの透光性および応力によって発生する複屈折性を利用して繊維強化プラスチックに生じる損傷を検出するものであり、もう一つは環境制御型電子顕微鏡中での破壊のその場観察で、絶縁性材料もチャージアップなしで観察できる点を利用して繊維強化プラスチックの新生破面を観察し、そのき裂進展挙動を直接観察できる利点がある。それらの方法や原理について述べ、観察例も示している。第3章は鈳物繊維ウォラストナイトの含有率を変えてエポキシ樹脂を強化した試験片を作製し、温度を変えて破壊靱性試験を実施してウォラストナイト

繊維強化による耐熱性向上について検討したものであり、破壊靱性が急激に落ちる温度がエポキシ樹脂単体の場合には80℃～100℃であるのに対し、40phr（樹脂100の重量に対する添加物の量）の強化プラスチックでは120℃～150℃までの間であった。第4章では繊維強化プラスチックの破壊靱性向上の可能性を探ることを目的として、脆性および延性金属繊維で強化したエポキシ樹脂のモデル試験片を作製して破壊靱性試験を行い、各繊維が破壊靱性に及ぼす影響について考察した。その結果、脆性金属（タングステン）線で強化した場合にはき裂は一気に進展するのに対し、延性金属（焼き鈍しモリブデン）線強化の場合にはき裂が進展しても金属線は破断せずにプラスチックをブリッジしてき裂開口を阻止するような役割を果たす。延性金属線で強化することによりかなりの靱性の向上が期待されることが判明した。第5章は第2章で紹介した新しい繊維強化プラスチックの強度評価法の具体的な応用例で、前半では2種類のガラス繊維、2種類のポリカーボネートの組み合わせからなる4種類のGFRPC試験片を用いてアイゾット衝撃試験を実施し、薄片を作製して偏光顕微鏡観察を行った。その結果、アイゾット衝撃強度と破面近傍の複屈折領域面積がよく対応することが分かった。その他SEM観察との関連付けも行い、衝撃強度が何によって影響を受けるのかについて論じた。第5章後半では第6、7章で用いたと同じ5種類のガラス繊維強化プラスチック試験片を用い、これも第2章で紹介した繊維強化プラスチック強度評価の新実験手法、環境制御型電子顕微鏡（ESEM）を用いてき裂先端破壊挙動をその場観察し、界面状態およびマトリックスの違いがどのような影響を及ぼすか示した。薄片観察も合わせて行っている。き裂が進展するにつれて繊維破断あるいは引き抜けのいずれが顕著であるか、ESEM観察によって明らかとなった。第6、7章では界面状態、マトリックスの異なる5種類のGFRPを用いて、疲労および疲労き裂進展試験を実施し、破面のSEM観察結果との対応関係を調べ、各マトリックス、界面状態がその強度にどのように影響を及ぼしているか検討した。ここではマトリックスとして、中分子量1種類と低分子量2種類（一つは変性ポリマーアロイの一種）、計3種類のポリカーボネートを用いたが、マトリックスの影響が顕著に表れた。マトリックスが変性ポリカーボネート（変性PC）のGFRP試験片が疲労強度が著しく低かったが、SEM観察によりサイクル数の増加につれて多孔性の変性ポリカーボネート中の孔の径が増加していることが判明し、実質的な試験片断面の減少が強度の低下につながるものが推測された。今回の実験で用いた3種類の界面状態条件では、それほど大きな相違は表れなかった。また中分子量マトリックスよりも低分子量マトリックスで、繊維による強化効果の高いことが示された。第8章では、非破壊評価法としてインピーダンス・スペクトロスコピー法の紹介およびこの手法を用いて実施した炭化珪素の材質・欠陥を評価した実験例を示した。インピーダンスを複素平面表示すると、測定結果は二つの半円で表示された。低周波数側の半円直径は炭化珪素の曲げ強度と強く関係しており曲げ強度が高いほどその直径は小さくなる結果が得られ、低周波数側半円直径を測定することにより曲げ強度が非破壊的に評価可能であることが判明した。第8章後半ではインピーダンス・スペクトロスコピー法を強化繊維プラスチックの非破壊評価へ適用できるかどうか検討し、金属繊維強化プラスチックで、方向性のある電極を用いて実験した結果、繊維の配向や繊維の破断などが非破壊的に検出できることが分かった。第9章は結論で、本研究で得られた知見をまとめたものである。

## 審 査 結 果 の 要 旨

繊維強化プラスチックの強度特性評価及びその強度発現機構の解明は、より比強度の高い繊維強化複合材料開発に不可欠であり、また実用上は経年劣等化による損傷の非破壊計測・評価も重要である。

本論文は、強度特性の評価のための新しい実験手法の考案、鉤物繊維強化材の試作による耐熱性の向上、種々の母相並びに種々の表面処理を受けた強化繊維の組み合わせに対して破壊靱性及び疲労特性評価、さらに損傷の非破壊評価法の開発等に関して得られた成果を取りまとめたものであり、全編9章よりなる。

第1章は序論である。

第2章では、変形及び破壊挙動の評価のための新しい実験手法を考案し、ガラス繊維強化ポリカーボネイトについて薄片の偏光顕微鏡観察による局部応力集中、変形集中、繊維／母相界面剥離等の直接観察を初めて可能とし、また、環境制御型電子顕微鏡下において破壊のその場観察に成功し、ガラス繊維の破断に伴う発光現象等の新しい現象を発見している。

第3章では、鉤物短繊維ウォラストナイトの充填率を系統的に変化させた複合材を独自に試作し、40%充填材において縦弾性率で60%、破壊靱性値53%そして耐熱性の尺度である軟化温度で約40℃の向上を実現している。これらは有用な知見である。

第4章では、金属繊維強化エポキシ複合材料を試作し、き裂進展に伴う臨界応力拡大係数の変化及びき裂の分岐挙動を定量的に評価し、金属繊維の延性が靱性向上に重要な役割を果たしていることを明らかにしている。

第5章では、2種類の母相樹脂及び4種類のガラス繊維強化プラスチックについてアイゾット衝撃試験を実施し、破断面近傍の薄片観察を行いアイゾット衝撃値の大きさと破面近傍の複屈折領域の大きさの対応関係を初めて明らかにしている。これは新しい知見である。

第6章では、母相及び繊維表面処理の異なる5種の試作材について疲労寿命試験を実施し、繊維強化の効果は母相の種類及び集束剤に依存することを明らかにしている。

第7章では、第6章と同じ材料について疲労き裂進展試験を実施し、繊維と母相の界面強度がき裂進展速度を低下させる事に有効であることを  $da/dN$  と  $\Delta K$  の関係より明らかにし、また破面観察よりも確認している。6章の知見と併せて耐疲労特性に優れた材料開発上有用な知見である。

第8章では、インピーダンス・スペクトロスコピー法により炭化珪素焼結体の材質及び欠陥の非破壊評価が可能であることを初めて明らかにし、インピーダンスの複素平面表示の解析により、強度向上には粒界のフリーカーボンが強く関与していることを明らかにしている。さらに本手法の金属繊維強化材の繊維損傷評価への適用性を示している。これらは重要な知見である。

第9章は結論である。

以上要するに本論文は、繊維強化プラスチックの破壊特性評価を新しい微視的変形及び破壊の直接観察手法の開発とともに実施し、強度発現の機構を繊維と母相及びその界面特性の観点より明らかにし、また損傷の非破壊評価の可能性を示したものであり、材料強度学及び機械工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。